Untersuchungen zur Schaffung einer Einrichtung für die Messung der Viskosität von Siemens-Martin-Schlacken

Von der Technischen Hochschule zu Breslau

zur

Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs

genehmigte

Dissertation

Vorgelegt von

Dipl.-Ing. Friedrich Karl Buchholz aus Bobrek-Karf, O.-S.

Tag der mündlichen Prüfung: 22. Juli 1932

Referent:
Professor E. Diepschlag

Korreferent:
Professor Dr. F. Sauerwald

Düsseldorf
Verlag Stahleisen m. b. H.
1933

*20212

Erschienen im „Archiv für das Eisenhüttenwesen“
Jg. 6 (1932/33) Heft 12, S. 525/37.

Untersuchungen zur Schaffung einer Einrichtung für die Messung der Viskosität von Siemens-Martin-Schlacken.

Unter den physikalischen Eigenschaften der geschmolzenen Schlacken kommt sicherlich der Viskosität eine besondere Bedeutung zu, denn die Reaktionsgeschwindigkeiten bei den Stahl-Erzeugungsverfahren sind von den Diffusionsgeschwindigkeiten und diese von der jeweiligen inneren Reibung abhängig. Um eine Ueberwachung der Schmelze auf ihre äußeren Bedingungen erzielen zu können, ist die laufende Bestimmung der inneren Reibung während des Schmelzens notwendig. Voraussetzung ist die Entwicklung eines zuverlässigen und möglichst einfachen Bestimmungsverfahrens.

Einschlägige Arbeiten liegen vor. So haben z. B. O. Holz[1]), P. Oberhoffer und A. Wimmer[2]) und K. Thomas[3]) Untersuchungen über die physikalische und chemische Beschaffenheit des Thomasroheisens angestellt.

Ueber die Bestimmung der inneren Reibung von Siemens-Martin-Schlacken gibt es noch keinerlei Messungen, und daher können auch noch keine Schlußfolgerungen auf ihre Beziehungen zu den Erscheinungen bei der Stahlerzeugung gezogen werden.

I. Die Bestimmungsmethoden.

1. Begriff der inneren Reibung.

Man versteht unter der inneren Reibung, Zähigkeit, Viskosität und Klebrigkeit diejenige Kraft, die notwendig ist, um die obere Fläche einer Flüssigkeitsschicht mit 1 cm^2 Fläche und 1 cm Höhe parallel gegen die untere mit der Geschwindigkeit von 1 cm/s in Bewegung zu erhalten[4]). Aus den hierzu erforderlichen Bewegungsgleichungen ergibt sich der Ausdruck:

$$R = \eta \cdot F \frac{dv}{dh}.$$

Es bezeichnen:

R = Gesamtkraft,
η = Reibungskoeffizient,
dv = Geschwindigkeitsunterschied,
dh = Schichthöhenunterschied.

Die Dimension ist:

$\eta\ [cm^{-1} \cdot g^{x} \cdot s^{-1}]$ im physikalischen Maßsystem
$= 981\ [g \cdot s \cdot cm^{-2}]$ im technischen Maßsystem.

Die kinematische Zähigkeit ν bezeichnet das Verhältnis der inneren Reibung η zur Dichte ρ:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}.$$

Die spezifische Zähigkeit ist der Quotient aus der Viskosität einer Flüssigkeit und der des Wassers[5]).

$$\eta_{sp} = \frac{\eta_{fl}}{\eta_{H_2O}}$$

Für den Begriff „Flüssigkeitsgrad" gibt es keine wissenschaftliche Erklärung.

2. Bestimmungsmethoden.

Die Einrichtungen, die zur Bestimmung der inneren Reibung von Flüssigkeiten bei höherer Temperatur verwendet werden, und die auch wissenschaftlich begründet sind, lassen sich in zwei Gruppen einteilen.

Zur ersten Gruppe gehört die Kapillarmethode, die wohl allgemein durch den Engler-Viskosimeter bekannt ist. Sie beruht auf der Messung der Geschwindigkeit, mit der eine Flüssigkeit durch eine Kapillare fließt. Theoretisch begründet wurde sie durch Poiseuilles[6]). Mit ihr haben R. Arpi[7]), M. Plüss[8]) und F. Sauerwald[9]) und Mitarbeiter Untersuchungen durchgeführt.

In der zweiten Gruppe stehen die Dämpfungs- und die Torsionsmethode. Die erstgenannte geht auf Coulomb zurück und wurde später theoretisch und praktisch von O. E. Meyer ausgearbeitet[10]). A. Wimmer und H. Thielmann[11]) benutzen diese Methode für Viskositätsmessungen von Roheisen- und Eisenlegierungen.

Die Torsionsmethode ist besonders in neuerer Zeit von amerikanischer Seite für Messungen bei hohen Temperaturen verwendet worden. Sie beruht auf der Ermittlung des Torsionszuges, der von der in einem Tiegel mitrotierenden Flüssigkeit auf eine zu ihm gleichachsige an einem Torsionsdraht befestigte Spindel ausgeübt wird. Theoretisch wird diese Versuchsart durch Margules[12]) begründet. In seiner Ableitung kommt er zu der Endformel:

$$Z = \frac{4\pi a^2 \cdot b^2 \cdot h \cdot \eta \cdot \omega}{b^2 - a^2}.$$

Darin bedeuten:

Z = das von der Flüssigkeit ausgeübte Torsionsmoment,
h = Tauchtiefe des Zylinders in der Flüssigkeit,
b = Radius des Tiegels,
a = Radius der Spindel,
ω = Winkelgeschwindigkeit,
η = Reibungskoeffizient.

---

[1]) Stahl u. Eisen 41 (1921) S. 1284.
[2]) Stahl u. Eisen 45 (1925) S. 968.
[3]) Stahl u. Eisen 50 (1930) S. 1708/09.
[4]) E. Grimsehl: Lehrbuch der Physik, Bd. 1 (Leipzig: B. G. Teubner 1923) S. 262.
[5]) D. Holde: Untersuchung der Kohlenwasserstoffe, Oele und Fette. 6. Aufl. (Berlin: Julius Springer 1924.)
[6]) Vgl. S. Erk: Forschg. Ing.-Wes. Heft 288 (1928); vgl. Z. VDI 72 (1928) S. 11.
[7]) Internationale Zeitschrift für Metallographie 5 (1914) S. 142.
[8]) Z. anorg. allg. Chem. 93 (1915) S. 1.
[9]) Z. anorg. allg. Chem. 135 (1924) S. 255; vgl. Z. Metallkde. 18 (1926) S. 173 u. 193.
[10]) Winkelmann: Handbuch der Physik, 1. Bd., 2. Hälfte (Leipzig: Johann Ambrosius Barth 1908) S. 1378.
[11]) Stahl u. Eisen 47 (1927) S. 389/99.
[12]) Ueber die Bestimmung des Reibungs- und Gleitungskoeffizienten aus ebenen Bewegungen einer Flüssigkeit. Wiener Berichte 83, II (1881) S. 588.

as Verfahren wurde in früherer Zeit für die Messung von Flüssigkeiten mit geringer innerer Reibung gebraucht [Drew[13]), Brodmann[14])] und erst jetzt auf solche mit sehr hoher Zähigkeit angewendet. Hier mögen die Versuche von A. L. Feild[15]), A. L. Feild und P. H. Royster[16]), R. S. McCaffery[17]), C. H. Herty[18]) und ihren Mitarbeitern genannt werden.

Außer diesen drei genannten Verfahren gibt es noch eine Reihe andere, die jedoch keine größere Bedeutung erlangt haben, und die für die beabsichtigten Versuche aus technischen Gründen nicht in Frage kommen können.

Es sollen indessen noch technologische Methoden kurz angeführt werden. P. H. Royster[19]) nimmt eine schräg gestellte Rinne und läßt von der am oberen Ende angebrachten Plattform Schlacke herunterfließen. Besser durchgeführte Verfahren bestehen in den Gießereibetrieben[20]), bei denen der Flüssigkeitsgrad nach der Fähigkeit des flüssigen Metalles, die Formen scharf auszuprägen, beurteilt wird.

Bei der Entscheidung, welcher Weg für die Messungen beschritten werden soll, sind folgende Ueberlegungen ausschlaggebend: Ist es möglich, bei hoher Temperatur zu arbeiten, kann man ferner einen sehr großen Viskositätsbereich kontinuierlich erfassen und besteht die Aussicht, daß die Versuche auch in einem Stahlwerksbetriebe — trotz der damit verbundenen Erschwernisse: Erschütterungen, Staub, Widerstandsfähigkeit und andere Störungen — mit Erfolg durchgeführt werden können?

Durch die Arbeiten von F. Sauerwald ist es möglich, das Ausflußverfahren bis 1100° zu benutzen. Bei Temperaturen über 1500° ist der Kapillarstoff schon so empfindlich, daß er jederzeit von Schlacken angegriffen wird. Ferner ist wegen der großen Viskosität ein Durchfluß unter einem normalen Druck oder geringem Ueberdruck wegen der damit verbundenen starken Beanspruchung des Rohres nicht möglich.

Das Schwingungsverfahren unter Benutzung von Scheiben als Dämpfungskörper ist wegen der auftretenden verschiedenen Strömungen kaum zu verwenden. Um es trotzdem zu Relativmessungen benutzen zu können, muß es auf eine sehr große Empfindlichkeit eingestellt sein, und diese würde eine sehr verwickelte Anordnung erfordern.

Somit bleibt nur noch, wenn man von der Methode der fallenden Kugel absieht[21]), das Verfahren nach Margules. Seine Verwendungsmöglichkeit für hohe Temperaturen haben die Amerikaner bewiesen. Außerdem ist es möglich, mit demselben Torsionselement einen großen Bereich der Viskosität, wie die Schlacken ihn besitzen, zu erfassen; auch kann durch eine Abkühlungskurve in kontinuierlicher Weise ein entsprechend großes Temperaturgebiet gemessen werden, da jede Aenderung der inneren Reibung mit der Temperatur bei gleichgehaltenen Bedingungen die Torsion vergrößern oder verkleinern muß.

Aus dieser Erkenntnis heraus ist diese Bestimmungsart gewählt worden.

[13]) Phys. Rev. 12 (1901) S. 114.

[14]) Untersuchungen über die Reibungskoeffizienten von Flüssigkeiten. Dr.-Dissertation, Göttingen 1891; vgl. Annalen der Physik und Chemie 45 (1892).

[15]) Bur. Mines Techn. Pap. Nr. 157 (1916) S. 29.

[16]) Bur. Mines Techn. Pap. Nr. 187 (1918) S. 38; Nr. 189 (1919) S. 36.

[17]) Amer. Inst. min. metallurg. Engr. Techn. Publ. Nr. 383 (1930).

[18]) Min. metallurg. Invest. Coop. Bull. 47 (1930); Stahl u. Eisen 51 (1931) S. 463/65.

[19]) Iron Coal Trad. Rev. 119 (1929) S. 118.

[20]) Gieß.-Ztg. 19 (1922) S. 645.

[21]) Fr. Lawaszek: Z. VDI 63 (1919) S. 677; Arndt: Z. Elektrochem. 13 (1907) S. 578.

II. Entwicklung einer Einrichtung auf Grund einer Vorversuchsanordnung.

Es lag nahe, die Versuchsanordnung der Amerikaner anzuwenden. Ihre Berichte enthalten zum Teil auch ausführliche Angaben über diese, während über die Messung als solche und alle hiermit in Verbindung stehenden Fragen nur sehr wenig mitgeteilt wird.

Für die gestellte Aufgabe war es notwendig, durch Vorversuche mit einer zunächst behelfsmäßigen Versuchseinrichtung die Abmessungen und Anordnungen zu finden, die für den Bau einer solchen Einrichtung erforderlich sind,

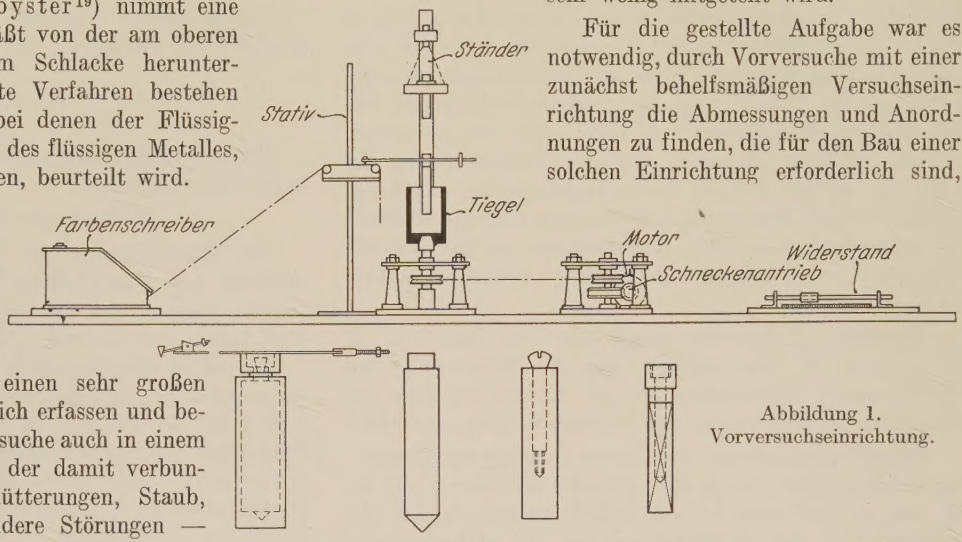

Abbildung 1.
Vorversuchseinrichtung.

ferner durch Bestimmung der inneren Reibung bekannter Flüssigkeiten die Vor- und Nachteile dieser Meßmethode festzustellen und schließlich die Fehler auszuschalten, die bei den Schlackenuntersuchungen von nachteiligem Einfluß sein können. Nur auf Grund aller gemachter Erfahrungen konnte dann an den Bau einer Versuchseinrichtung für die Hauptversuche herangegangen werden.

A. Beschreibung der Vorversuchseinrichtung.

Die Anordnung der Vorversuchseinrichtung ist aus *Abb. 1* zu erkennen. Ein Motor (0,09 PS) treibt mittels Kupplung und Schnecke ein Schneckenrad, auf dessen Welle sich eine kleine Riemenscheibe befindet. Durch einen Riemen wird die in einer zweiten Stütze befindliche Welle mit dem Tiegel bewegt. Die Umdrehungsgeschwindigkeit kann durch einen in den Stromkreis des Motors geschalteten elektrischen Widerstand geregelt und mit einer Stoppuhr genau festgelegt werden. In die im Tiegel befindliche Flüssigkeit taucht eine Spindel ein, die an einem Federstahldraht aufgehängt ist und von einem Ständer gehalten wird. An der Spindel ist ein Zeiger mit einer beweglichen Schreibfeder angebracht, der auf das über einen kleinen Tisch laufende Papier eines Mehrfarbenschreibers jeden Zeigerausschlag einzeichnet. Diese Anordnung gestattet ein selbständiges Festhalten des von der Eintauchtiefe, der Umdrehungsgeschwindigkeit, den Spindel- und Federdrahtabmessungen abhängigen Drehmomentes.

Die ersten Versuche zeigten, daß eine zentrische Aufhängung der Spindel von großer Bedeutung ist. Dieses ist erklärlich: Ein zylindrischer Körper, der nicht in seiner Schwerlinie aufgehängt ist, muß, um in das stabile Gleichgewicht zu kommen, schräg hängen und wird beim Drehen, sobald seine Trägheit überwunden ist, ins Schleudern geraten. Um diesen Fehler zu vermeiden, wurden verschiedene Ausführungen erprobt (*Abb. 1*, Nr. 1 bis 4). Von

diesen bewährte sich die als Spindel 1 bezeichnete Ausführung am besten. Die Torsionsfeder befindet sich hier in einem zweigeteilten Kegel als Futter und wird durch eine Ueberwurfmutter in einen entsprechenden Konus eingezogen. Zentrische Einspannung und dadurch gleiche Gewichtsverteilung, Möglichkeit einer schnellen Auswechselung von Rund- und Flachfedern und eine einfache Anordnung sind damit gegeben.

Nach den Anfangsversuchen mit weichen Eisendrähten wurden runde und flache Federn verwandt. Uhrfedern mit den Abmessungen 0,1 × 0,5 mm waren zu schwach. Eine größere Blattfeder (0,2 × 1,5 mm) hatte zwar eine gute Federwirkung, war aber in der Längsrichtung zu starr und daher beim Einspannen sehr empfindlich. Da auch die Erfahrungen mit anderen zu ungünstig waren, wurden nur noch runde Federstahldrähte benutzt. Unter 0,3 mm waren auch sie für längeren Gebrauch nicht geeignet, obwohl die Belastung durch die Spindel weit unter der Proportionalitäts- und Elastizitätsgrenze lag.

Zur Messung der Verdrehung des Torsionselementes wurde zunächst an der Spindel ein Zeiger angebracht und die Ausschläge bei der jeweils bekannten Geschwindigkeit durch Projektion der Zeigerspitze auf ein mit 180°-Teilung versehenes Papier in Graden abgelesen. Da sich dieses als umständlich erwies, wurde schließlich durch den Einbau einer mit einem Gegengewicht in einem Gelenk liegenden Feder der Askania-Werke eine zuverlässige Einrichtung geschaffen *(vgl. Abb. 1)*.

Bei Verwendung eines Mehrfarbenschreibers war es möglich, zu jedem Punkt des Zeigerausschlages die zugehörige Temperatur, die durch das Thermoelement bei der späteren Einrichtung angezeigt wird, zu erhalten. Durch den Einbau verschiedener Zahnräder und damit geänderter Uebersetzungsverhältnisse gelang es, einen Vorschub des Papierstreifens von 40 cm/h zu erhalten.

B. Hauptversuchseinrichtung.

Mit der Vorversuchsanordnung sind die grundlegenden Erfahrungen für den Antrieb, die gesamte Spindelausführung und zum Teil auch für die meßtechnischen Einrichtungen gewonnen worden.

1. Untersuchungen für die Ofeneinrichtungen.

Für den Bau einer Versuchseinrichtung zur Messung der inneren Reibung von Schlacken mußten die bisherigen Erfahrungen noch durch Bestimmung der Ofenabmessungen, des Tiegelstoffes und der Tiegelform sowie der geeigneten Ofenanordnung ergänzt werden.

Da die Temperaturabhängigkeit der Viskosität besonders in der Nähe des Schmelzpunktes groß ist, die hier gewählte Methode eine größere Flüssigkeitsschicht erfordert, und da bei der Absicht, die zu untersuchenden Proben unmittelbar dem Siemens-Martin-Ofen zu entnehmen, die Schlackenmenge im Tiegel um mehrere Zentimeter Höhe schwanken kann, schien es für einwandfreie Messungen zweckmäßig, einen Kohlegrießofen zu benutzen, der eine möglichst lange Zone gleicher Temperatur besitzt.

Die in dieser Hinsicht angestellten Versuche ergaben, daß ein Ofen von 650 mm Höhe und 430 mm Dmr. eine gleichbleibende Temperatur auf 140 mm Länge bei normaler Stopfung des Kohlegrießes hat. Gleichzeitig konnten Arbeitstemperaturen bis 1600° erzielt werden. Anschließend wurden die für ein schnelles Aufheizen erforderlichen Elektroden bestimmt. Von den benutzten Ausführungen: Kreisringe, abgestumpfte Kegelmäntel, Flach- und Winkeleisen in verschiedenen Stärken bewährten sich als obere Elektrode ein abgestumpfter Kegelmantel und als untere ein rundes Winkeleisen am besten.

Für die Bestimmung des Tiegelbaustoffes wurde eine Anzahl Baustoffe als Tiegel oder als Auskleidungen in 1 bis 3 cm Stärke für Graphit- bzw. Kohletiegel benutzt und dadurch untersucht, daß in diesen Siemens-Martin-Schlacken geschmolzen wurden. Hauptsächlich wegen der Verschlackung fielen die Versuche zum großen Teil ergebnislos aus. Da der Tiegel bei den beabsichtigten Betriebsversuchen immer nur kurze Zeit der Schlackeneinwirkung ausgesetzt sein wird, wurde schließlich Graphit als Tiegelbaustoff gewählt.

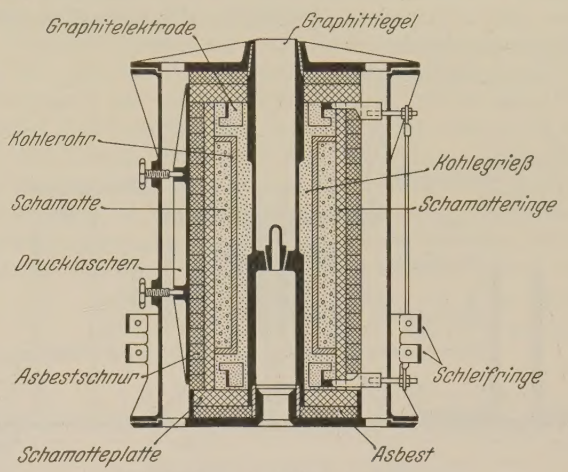

Abbildung 2. Kohlegrießofen.

Versuche, im Heizrohr einen Tiegel lose einzusetzen, kamen nicht in Betracht, andere, ihn fest einzubauen, scheiterten wegen der verschiedenen Wärmeausdehnung der Stoffe und der Schwierigkeit, ein Thermoelement einzuführen. Deshalb wurde das Heizrohr gleichzeitig als Tiegel ausgebildet. Um zu verhindern, daß der Strom zu geringen Widerstand findet, wurde die Wandstärke des Tiegels an einer Stelle verjüngt. Die Stromlinien müssen sich dort verdichten, und da die Wärmeentwicklung von der Anzahl der Stromlinien je cm² abhängig ist, mußte dieses Vorgehen zu höherer Erhitzung führen. Erst als die Wandstärke bis auf die Hälfte abgedreht war, wurde eine Zone mit gleicher, genügend hoher Temperatur erreicht. Sie wurde an der Stelle der früheren Zone gleicher Temperatur angebracht. Durch einen Dauerversuch von 3½ h, bei dem der Ofen auf 1600° gehalten wurde, zeigte sich der Vorteil durch einen geringen Strombedarf (75 bis 80 A bei 120 V) und der damit verbundenen schwachen Beanspruchung der Ofenbaustoffe.

Zur Temperaturmessung ragt von unten in den Tiegel ein 40 mm langes Rohr aus Graphit hinein, welches das Thermoelement aufnimmt und somit die Temperatur der Schlacke zu messen gestattet. *Abb. 2* zeigt diese Anordnung. Es sei noch erwähnt, daß durch die Tiegelanordnung der gesamte Ofen dreh- und kippbar eingerichtet werden mußte.

Bei der Ausführung wurde weiter vorausgesetzt, daß der Strom durch Kohlebürsten auf Kupfer-Schleifringe und von diesen auf die Elektroden übertragen werden konnte. Diese Ringe durften wegen der Gefahr einer verminderten Leitfähigkeit durch Oxydation des Kupfers infolge der großen Wärmestrahlung des Ofens nicht unmittelbar an den Schamotteringen befestigt werden. Der Ofen wurde deshalb zunächst mit einer 1 cm starken Asbestschnur umgeben *(vgl. Abb. 2)*, und in 50 mm Entfernung davon befindet sich ein eiserner Mantel. Außerdem wurden im Boden und Deckel Oeffnungen angebracht, die besonders beim Umdrehen eine erhebliche Schornsteinwirkung hervorrufen; zur weiteren

Vermehrung dieses Zuges wurde noch eine Preßluft-Ringleitung unter den Bodenöffnungen angelegt. Selbst bei den höchsten Temperaturen des Ofens stieg die des Mantels nicht über Handwärme. Dadurch, daß in einem weiteren Abstande von 50 mm die Schleifringe angebracht sind, ist jede Gefahr einer Oxydation ausgeschlossen.

Die weitere Versteifung des Ofens wird erreicht durch Boden und Deckel gegen senkrechte Verschiebungen und gegen seitliche durch drei Drucklaschen, die Ofen und Mantel fest verbinden. Die Wärmeübertragung auf den Ofendeckel wird durch eine Schamotteplatte von 30 mm Stärke und eine Asbestschicht von 20 mm verhindert; außerdem sind zur Sicherheit gegen das Verziehen des Eisens noch Rippen angebracht.

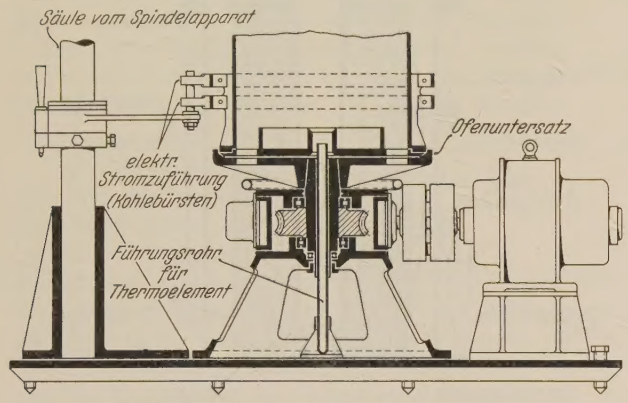

Abbildung 3. Antrieb für Viskosimeter.

Die zentrische Lage des Tiegels ist durch Konus in Boden und Deckel gegeben; dabei wird der Tiegel durch eine dünne Asbestschicht gegen Erdung isoliert. Vier verschraubbare Oeffnungen im Deckel gestatten ein Ein- und Nachfüllen von Graphit.

2. Antriebsvorrichtung.

Der Antrieb wurde durch Motor, Kupplung, Schnecke und Schneckenrad auf den Ofen hergestellt. Ein Gleichstrommotor mit 2 PS und 1500 U/min arbeitet auf eine zweigängige Schnecke und ein Schneckenrad mit 25 Zähnen, so daß der Ofen bei voller Umdrehungszahl des Motors höchstens 120 U/min macht. Durch Vorschalten eines elektrischen Stufenwiderstandes kann die Tiegelumdrehung bis auf 5 U/min herabgesetzt werden, ohne daß die Gefahr eines ungleichmäßigen Laufens besteht. Schnecke und Motor sind durch eine elastische Kupplung verbunden. Schnecke und Schneckenrad liegen in einem geschlossenen Gehäuse. Die Schnecke wird so geführt, daß der Seitendruck durch zwei Rollenlager und der Längsdruck durch ein Wechsellager aufgenommen wird. Das Schneckenrad läuft auf einem Kugeldrucklager und wird durch zwei Rollenlager in der senkrechten Richtung gehalten *(Abb. 3)*.

Die Erschütterungen des Antriebes werden durch einen Ständer auf eine runde Fläche von etwa 650 mm Dmr. und die des Motors auf eine Fläche von 290 × 300 mm verteilt. Beide befinden sich auf einer 800 × 1400 mm großen Grundplatte, die noch durch zwei Längsrippen versteift ist. Acht Stellschrauben nehmen das gesamte Gewicht auf und dämpfen durch ihre geeignete Anordnung die restlichen Schwingungen. Sie gestatten außerdem die lotrechte Einstellung des Ofens.

Auf dem konischen Ende der Schneckenradwelle befindet sich ein Untersatz, der auf einem Konus den Ofen aufnimmt und diesen durch zwei Schraubzwingen festhält.

Das Thermoelement wird mittels eines Metallschlauches durch ein entsprechend gebogenes Rohr und durch die durchbohrte Schneckenradwelle in das Schutzrohr des Tiegels ein- und ausgeführt.

An dem Ständer befinden sich an einem ausschwenkbaren Arm die Kohlebürsten für die Stromübertragung zu den Schleifringen. Zum Entleeren der Schlacke aus dem Ofen sind nur einige Handgriffe notwendig: Verschieben der Kohlebürsten, Lösen der beiden Schraubzwingen, Herausziehen des Thermoelementes und Abheben des Ofens vom Untersatz durch einen kleinen Hubwagen.

3. Entwurf der Spindelanordnung.

Als Traggerüst dient eine Säule von 2400 mm Länge und 80 mm Dmr., die mit Rippen auf einer Grundplatte von 400 × 300 × 20 mm auf der Gesamtgrundplatte, und zwar in der Tiegelmittellinie steht. Die Säule trägt oben eine 680 mm lange Führung, an der sich der Ausleger mit der gesamten Spindeleinrichtung bewegt *(vgl. Abb. 4)*.

Die Führung kann durch Handrad auf einem Trapezgewinde mit 10 mm Steigung um 420 mm gehoben und gesenkt werden. Der waagerechte Ausleger und der senkrechte Arm können um je einen Bolzen gedreht und dadurch in die senkrechte Lage gebracht werden. Um die Spindel genau in die Ofenmitte einzustellen, befindet sich am Ausleger ein kleiner Längs- und Quersupport, dessen Einstellung durch kleine Handräder erfolgt. Der Farbenschreiber ist ebenfalls an der Führung befestigt. Unmittelbar davor befindet sich der Tisch mit dem Viskositätsschreiber. Die Befestigungsart des Torsionsdrahtes ist beibehalten worden, ihre größte Einspannlänge beträgt 180 mm.

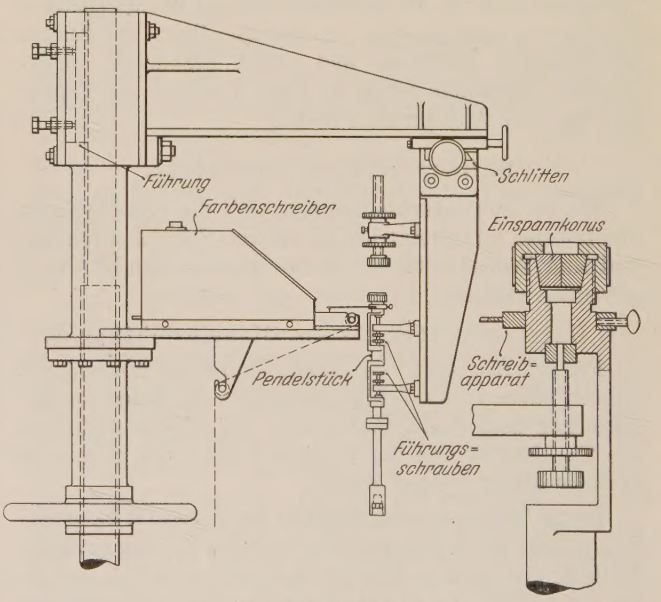

Abbildung 4. Spindelanordnung.

Um ein Schleudern der Spindeln zu vermeiden, ist ein Pendelstück vorgesehen. Zwei Schrauben laufen frei in Büchsen und verhindern ein unregelmäßiges Arbeiten. Dabei tragen die Feinschrauben die Spindel nicht, sondern führen sie nur. Nähere Einzelheiten sind aus *Abb. 4* zu erkennen.

An das Pendelstück schließt sich ein Graphitkolbenhalter an; der Wärmeübergang wird durch Asbest zwischen der Verschraubung vermindert. In diesen Halter wird die Spindel konisch eingeführt und durch eine Spannfeder festgehalten. Beim Kippen des Ofens kann sie in den Tiegel eingespannt werden, so daß ein Temperaturunterschied zwischen Spindel und Ofen nicht eintritt.

4. Meßtechnische Einrichtungen.

Von der Vorversuchseinrichtung konnte nur die Messung der Verdrehung des Torsionselementes übernommen werden.

a) Umdrehungszählung. Nach den bei den Vorversuchen gemachten Erfahrungen zur Messung der Umdrehungsgeschwindigkeit blieb nur noch die elektrische als genaueste übrig. Von der Kupplung der Schneckenwelle wird durch einen Riemen ein fremderregter Dynamo betrieben, der bei voller Umdrehungszahl des Ofens eine Spannung von 80 V erzeugt. Die Spannung wird durch hochohmige Widerstände bis auf 17 V gedrosselt. Da sich mit abnehmender Umdrehungszahl die Spannung im Dynamo und dadurch auch in und nach den Widerständen proportional ändert, kann somit auch auf dem Farbenschreiber, der für ein Platin-Platinrhodium-Thermoelement eingerichtet ist, jede Spannung eingezeichnet und mit einer Eichskala die zugehörigen Umläufe je min abgelesen werden.

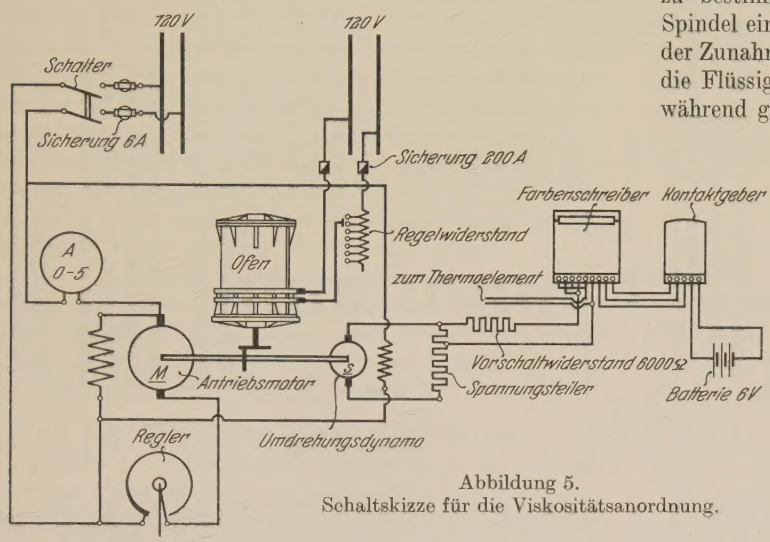

Abbildung 5.
Schaltskizze für die Viskositätsanordnung.

Die Stromzuführung zur Betätigung des Kontaktgebers und Farbenschreibers sind aus der Schaltungszeichnung in *Abb. 5* zu erkennen. Die Geschwindigkeit für den Fallbügel ist ebenso wie die für den Papiervorschub durch Aenderung der Uebersetzungsverhältnisse vergrößert worden.

In *Abb. 5* sind weiterhin noch die beiden Stromkreise für den Motor und die Ofenbeheizung eingezeichnet.

b) Tauchtiefe. Bei den Vorversuchen wurde die Eintauchtiefe der Spindel im Messingtiegel unmittelbar gemessen. Infolge der hohen Temperatur im Kohlegrießofen kann dieses Verfahren hier nicht zur Anwendung kommen.

Um eine Verbrennung des Graphittiegels zu vermeiden, wurde ein neutrales Gas eingeleitet. Das dazu verwendete Einführungsrohr aus Quarz diente dabei gleichzeitig als Tiefenmesser; es war auf der einen Seite durch einen Schlauch mit einem U-Rohr verbunden. Vor dem Versuche wird das untere Ende des Rohres mit dem Spindelboden in gleiche Höhe gebracht und die Stellung auf einer Meßskala, die sich am senkrechten Arm des Auslegers befindet, vermerkt. Ist die Schmelze in dem Tiegel, so wird die Spindel auf einen bestimmten Bodenabstand eingestellt — durch zwei Meßmarken an dem Trapezgewinde der Säule — und das Quarzrohr so weit eingeführt, bis ein Auftreffen auf die Flüssigkeit durch den Ueberdruck im U-Rohr angezeigt wird. Der Unterschied der Meßmarken ergibt die genaue Eintauchtiefe der Spindel.

III. Messungen mit der Vorversuchseinrichtung.

Der Entwurf der Anordnung für die Hauptversuche entstand einmal aus den Erfahrungen und Verbesserungen des gesamten maschinellen, elektrischen und meßtechnischen Teiles bei den Vorversuchen und dann auf Grund der mit ihr durchgeführten Messungen. Eine weitere Aufgabe bestand jedoch darin, in das gesamte Gebiet der Messung und Auswertung einzudringen und die Feinheiten und Schwierigkeiten kennenzulernen.

A. Beschreibung der Durchführung der Messungen.

Nachdem sich auf Grund mehrerer Versuche herausgestellt hatte, daß der Bodenabstand der Spindel bei den gewählten Abmessungen der Versuchseinrichtung immer größer als der Spindeldurchmesser bzw. 30 mm sein mußte, wurde folgendermaßen gearbeitet:

Tiegel und Spindel werden in die lotrechte Lage gebracht und bis auf 0,1 bis 0,2 mm zentrisch eingestellt; eine größere Genauigkeit war erfahrungsgemäß nicht erforderlich. Die Spindel wird 3 cm über dem Boden befestigt. Dann wird die zu bestimmende Flüssigkeit bis zum unteren Ende der Spindel eingefüllt. Nun erfolgen die Messungen bei dauernder Zunahme der Umdrehungszahl des Tiegels. Hierauf wird die Flüssigkeitsschicht immer so lange um je 1 cm erhöht, während gleichzeitig Messungen vorgenommen werden, bis der Tiegel gefüllt ist. Nur auf diese Weise konnten die verschiedenen Einflüsse auf die Messung ermittelt werden.

B. Berechnung der Meßergebnisse.

1. Umrechnung der Englergrade.

Für diese Versuche wurden Teere und Oele verwendet, die in einem von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt geeichten Engler-Apparat bestimmt waren. Die Umrechnung der hiermit erhaltenen Verhältniszahl E in die Größenordnung und Dimension des technischen Maßsystems machte zunächst größere Schwierigkeiten. In dem in Frage kommenden Schrifttum war keine eindeutige Erklärung zu finden. Es traten dazu noch neue Schwierigkeiten auf, indem einerseits nur Dimensionen oder das Maßsystem angegeben werden und anderseits neue Begriffe erscheinen, wie spezifische Zähigkeit, Zähigkeitsfaktor, kinematische Zähigkeit und andere. Es wurden daher die Begriffe geordnet und festgelegt. Die Dimension für die innere Reibung wurde bereits zu $g \cdot s/cm^2$ angegeben. Ubbelohde[22]) verwendet das physikalische Maßsystem. Die absolute Zähigkeit entspricht bei ihm der inneren Reibung. Diese ist gleich dem Produkt aus dem Umrechnungsfaktor f, der absoluten Zähigkeit von Wasser, einem empirischen Zähigkeitsfaktor Z und dem spezifischen Gewicht g.

$$\eta = f \cdot \eta_{H_2O} \cdot Z \cdot g$$

$$= \frac{1}{981} \cdot 0{,}01797 \cdot (4{,}072\,E - 3{,}513/E) \cdot g \qquad [g \cdot s/cm^2]$$

Für die Umrechnung der Englergrade konnten weitere Angaben der „Hütte“[23]) entnommen werden, die in diesem Zusammenhange auf folgende Formel gebracht wurden:

$$\eta = \rho \cdot (7{,}24\,E - 6{,}25/E) \qquad [kg \cdot s/m^2]$$

Schließlich gibt J. Rötscher[24]) noch eine Beziehung an:

$$\eta = g\,(0{,}00074\,E - 0{,}00064/E) \qquad [kg \cdot s/m^2]$$

Nach diesen drei Formeln wurden die Englergrade umgerechnet und der Mittelwert als der wahrscheinlichste zum Vergleich mit dem eigenen Ergebnis benutzt.

[22]) D. Holde: Untersuchung der Kohlenwasserstoffe, Oele und Fette (Berlin: Julius Springer 1924); L. Ubbelohde: Tabellen zum Englerschen Viskosimeter, 2. Aufl. (Leipzig: S. Hirzel 1918).

[23]) Hütte, 25. Aufl., Bd. I (Berlin: W. Ernst & Sohn 1925) S. 332.

[24]) Die Maschinenelemente (Berlin: Julius Springer 1925).

Zahlentafel 1. Zusammenstellung aller Werte, die mit der Versuchsanordnung bestimmt wurden.

Datum	Lfde. Nr.	Engler	η errechnet aus Engler nach				Bestimmungstemperatur	Bestimmung ergibt bei Tauchtiefe in cm : η									Prozentfehler von der absoluten Zähigkeit	Zahl der Bestimmungen
			Ubbelohde	Hütte	Rötscher	Mittelwert		0	1	2	3	4	5	6	7	Mittelwert		
		Grad	g · s/cm²	g · s/cm²	g · s/cm²	g · s/cm²	° C	cm	cm	cm	cm	cm	cm	cm	cm	g · s/cm²	%	
10. 8. 31	1	80,6	0,00691	0,00695	0,00689	0,00692	20	—	0,00643	0,00635	0,00617	—	0,00672	—	—	0,00672	— 2,1	4
11. 8. 31	2	80,6	0,00691	0,00695	0,00689	0,00692	20	—	—	—	0,00700	—	—	—	—	0,00700	+ 0,71	4
12. 8. 31	3	40,3	0,002735	0,00271	0,002715	0,00272	20	—	—	—	—	0,00309	—	—	—	0,00309	+ 11,5	7
13. 8. 31	4	66,7	0,00568	0,005645	0,00564	0,005655	20	—	—	—	—	0,00542	—	—	—	0,00542	— 4,8	6
15. 8. 31	5	40,3	0,002735	0,00271	0,002715	0,00272	20	—	0,00438	—	—	0,00324	—	—	—	0,00324	+ 15,4	7
20. 8. 31	6	40,3	0,002735	0,00271	0,002715	0,00272	20	—	—	—	—	—	—	0,00294	—	0,00294	+ 7,3	5
21. 8. 31	7	40,3	0,002735	0,00271	0,002715	0,00272	20	—	—	—	—	—	—	0,00309	—	0,00309	+ 11,32	14
21. 8. 31	8	129,0	0,01108	0,01104	0,01106	0,01106	20	0,0282	0,0282	—	0,0109	0,0108	0,0104	—	—	0,0108	— 2,4	70
22. 8. 31	9	43,2	0,00369	0,00365	0,00365	0,00366	20	—	—	—	—	0,00421	—	—	—	0,00421	—	12
23. 8. 31	10	142,5	0,01221	0,01209	0,01211	0,01214	20	—	—	—	—	—	—	0,0104	—	0,0104	— 16,35	10
24. 8. 31	11	142,5	0,01221	0,01209	0,01211	0,01214	20	0,0173	0,0139	0,0110	0,01095	—	—	0,0122	—	0,0122	+ 0,5	35
25. 8. 31	12	142,5	0,01221	0,01209	0,01211	0,01214	20	—	0,0132	—	0,0111	—	—	—	0,01216	0,01216	0,0	29
26. 8. 31	13	142,5	0,01221	0,01209	0,01211	0,01214	20	—	0,0160	—	—	—	—	—	—	—	—	17
27. 8. 31	14	80,6	0,00691	0,00695	0,00689	0,00692	20	—	—	—	—	—	0,06960	0,00695	—	0,00695	+ 0,5	39
29. 8. 31	15	105,2	0,00911	0,00900	0,00902	0,00904	22	—	0,01458	0,01165	0,00965	—	0,00892	—	—	0,00892	— 0,9	38
30. 8. 31	16	105,2	0,00911	0,00900	0,00902	0,00904	22	—	—	—	—	0,01124	—	—	—	0,01124	—	52
2. 9. 31	17	124,5	0,01075	0,01063	0,01067	0,01068	22	0,0210	—	0,0110	—	0,01060	—	0,01085	—	0,01085	+ 1,57	54
3. 9. 31	18	68,0	0,00588	0,00582	0,00584	0,00585	22	0,00985	0,00825	—	0,00637	0,00639	—	—	—	0,00639	—	37
6. 9. 31	19	68,0	0,00588	0,00582	0,00584	0,00585	22	—	—	—	—	0,00600	—	0,00598	—	0,00598	+ 2,17	45
8. 9. 31	20	215,0	0,01859	0,0184	0,01841	0,01855	21	0,0258	—	0,0191	—	—	0,01945	—	—	0,01945	+ 3,88	28
10. 9. 31	21	Im Engler-Apparat bei 22° nicht zu bestimmen					—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
26. 9. 31	22	43,3	0,00295	0,00292	0,00293	0,00293	19	0,00533	—	0,00306	0,00295	0,00294	0,00289	0,00287	0,00285	0,00287	— 1,0	42
29. 9. 31	23	43,3	0,00295	0,00292	0,00293	0,00293	19	0,00616	—	0,00281	0,00269	0,00272	—	0,00249	—	0,00272	—	19
1. 10. 31	24	43,3	0,00295	0,00292	0,00293	0,00293	19	—	—	—	0,00229	0,00309	0,00300	—	—	0,00300	+ 2,315	23

Datum	Lfde. Nr.	Bestmg.-Temperatur	Spindel			Draht		Tauchtiefe	Umdrehungszahl	Winkel	Abweichung von der 0-Stellung	Papier und Ablesung		Spezifisches Gewicht	Bemerkungen
			Form	Abmessung	Gewicht	Dmr.	Einspannlänge								
		° C		cm	g	cm	cm	cm	U/min	Grad	Grad			g/cm³	
10. 8. 31	1	—	O*)	2,45	—	0,029	8,9	5	65	47,0	—	fest	projizierend	1,151	
11. 8. 31	2	24	O	2,73	—	0,029	10,4	3	80	58,0	0,2	fest	projizierend	1,151	
12. 8. 31	3	23	O	2,73	—	0,029	10,4	4,2	92	38,0	—	fest	projizierend	0,910	Die Werte fallen aus.
13. 8. 31	4	—	O	2,73	—	0,029	10,4	4,2	100	71,0	1,0	fest	projizierend	1,144	
15. 8. 31	5	19	O	2,73	—	0,029	10,4	4,2	80	35,0	—	fest	projizierend	0,910	Die Werte fallen aus.
20. 8. 31	6	23	O	2,73	—	0,029	10,4	6,5	100	63,0	1,0	fest	starre Feder	0,910	Die Werte fallen aus.
21. 8. 31	7	22	O	2,73	—	0,029	10,4	6,0	86	52,0	—	fest	starre Feder	0,910	Die Werte fallen aus.
21. 8. 31	8	20,5	O	2,73	—	0,029	10,4	1,0	71	69,0	0,5	fest	starre Feder	1,151	
							10,1	5,6	88	145,0	2,0				
22. 8. 31	9	—	O	2,73	—	0,029	10,4	4,55	77	49,0	—	fest	starre Feder	1,144	
23. 8. 31	10	23,0	O	2,73	481	0,029	10,1	6,5	57	152,0	2,0	fest	starre Feder	1,151	Der genaue Englergrad stand nicht fest.
24. 8. 31	11	22	O	2,73	481	0,029	11,6	6,2	68	180,0	2,0	fest	starre Feder	1,151	Die Zähigkeit wurde im Anschluß bestimmt.
25. 8. 31	12	22,5	O	2,73	481	0,029	10,4	7,2	60	166,0	0,5	fest	starre Feder	1,151	Die Werte stimmen genau.
26. 8. 31	13	22,0	O	2,73	481	0,029	10,4	—	—	—	—	fest	starre Feder	1,151	
27. 8. 31	14	22,0	+*)	1,48 × 1,46	—	0,029	10,0	7,2	53	ca. 60	—	fest	starre Feder	1,151	Die Werte wurden mit dem Faktor errechnet.
29. 8. 31	15	—	X*)	2,14 × 2,15	—	0,050	15,4	5,2	73	20,6	—	Farbenschreiber	starre Feder	1,158	Feder zu stark.
30. 8. 31	16	22,0	X	2,14 × 2,15	—	0,030	8,5	2,5	71	62,0	1,0	Farbenschreiber	starre Feder	1,158	
							6,5	4,4	61	60,0	3,0				
2. 9. 31	17	24,5	O	2,73	481	0,030	6,15	5,9	60	63,0	2,0	Farbenschreiber	bewegl. Feder	1,158	
3. 9. 31	18	20,0	O	2,73	481	0,030	6,60	4,4	102	46,0	—	Farbenschreiber	bewegl. Feder	1,158	
6. 9. 31	19	22,8	X	2,14 × 2,15	—	0,030	6,65	5,8	77	53,0	2,0	Farbenschreiber	bewegl. Feder	1,158	
8. 9. 31	20	20,5	O	2,73	481	0,030	6,3	2,2	81	56,0	—	Farbenschreiber	bewegl. Feder	1,155	
							5,1	5,0	73	58,0	1,0				
10. 9. 31	21	—	O	—	—	0,18 × 0,02	—	—	—	—	—	Farbenschreiber	bewegl. Feder	—	Die Zähigkeit konnte nicht im Engler-Apparat bestimmt werden.
26. 9. 31	22	22,5	O	4,00	482	0,030	5,65	7,05	70	55,0	1,0	Farbenschreiber	bewegl. Feder	0,913	
29. 9. 31	23	23,0	O	2,73	452	0,030	6,30	4,6	77	14,4	—	Farbenschreiber	bewegl. Feder	0,913	
1. 10. 31	24	22,0	O	4,00	582	0,030	5,90	5,0	83	57,1	1,0	Farbenschreiber	bewegl. Feder	0,913	

*) Es bedeuten: O = Rundspindel, + = kleine, X = große Vierkantspindel.

2. Bestimmung der Werte nach der Torsionsmethode.

Diese wurden, solange keine Gleitung der zu untersuchenden Flüssigkeit an den Wandungen auftritt, nach der bereits angegebenen Formel von Margules ermittelt. Die einzelnen Größen ergaben sich aus dem jeweiligen Versuch. Die Verdrehungskraft des Federstahldrahtes wurde nach Angaben in der „Hütte“ [25]) bestimmt.

C. Besprechung der Messungen.

Die Ergebnisse der Messungen sind, da es hier nicht möglich ist, alle Einzelwerte anzugeben, zusammengefaßt in *Zahlentafel 1* wiedergegeben, wodurch auch gleichzeitig eine bessere Uebersicht ermöglicht wird. Die Zahlenangaben beziehen sich dabei alle auf das technische Maßsystem.

1. Eintauchtiefe.

Bei sämtlichen in der oben dargestellten Weise durchgeführten Versuchen ist ein starkes Fallen der Werte bei 1 bis 3 cm Tauchtiefe festzustellen. Die Ursache liegt darin, daß bei der Berechnung nach der Formel von Margules nur der Spindelmantel berücksichtigt wird und nicht der Boden, was sich bei niedriger Tauchtiefe natürlich besonders stark auswirken muß. Z. B. ergibt sich bei Versuch Nr. 8 der Zusammenstellung für ein Teergemisch von 129° E bei einer Tauchtiefe von 1 cm eine Viskosität von 0,0282 und bei einer Tauchtiefe von 3 cm eine von 0,0109 $g \cdot s/cm^2$.

Alle in *Zahlentafel 1* zusammengestellten Versuche zeigen in dem Bereich von 3 bis 7 cm Tauchtiefe einen ungefähr konstanten Wert für die innere Reibung der verschiedenen Flüssigkeiten [26]). Die Abweichungen sind nicht mehr durch die Bodenwirkung der Spindel begründet.

2. Spindel- und Tiegeldurchmesser.

Obwohl die mathematische Begründung der Torsionsmethode jeden Tiegel- und Spindeldurchmesser zuläßt, waren durch die Absicht, im Betriebe Messungen durchzuführen, engere Grenzen für die Abmessungen gezogen.

Durch die ersten Versuche, die in *Zahlentafel 1* nicht enthalten sind, ergab sich die Erfahrung, daß Tiegel mit 6,5 bis 7,5 cm Dmr. am geeignetsten waren. Weiter zeigten die Versuche, daß, je geringer der Abstand zwischen Tiegel und Spindel wurde, die Empfindlichkeit der Anordnung wuchs und anderseits die Abmessungen von Spindel und Tiegel mit größter Genauigkeit ermittelt werden mußten, um übereinstimmende Werte zu erhalten. Wurde aber die Flüssigkeitszwischenschicht vergrößert, so genügte die Einstellung der Spindel bis auf $^1/_{10}$ mm Genauigkeit (vgl. Versuchsergebnis Nr. 22 und 24 gegenüber Nr. 23 in *Zahlentafel 1)*. Schließlich war ein weiterer Grund, den Zwischenraum zu erhöhen, der, daß Schlacken eine sehr hohe innere Reibung besitzen, und dafür bei größerem Spindeldurchmesser eine stärkere Feder eingespannt werden muß. Diese bringt durch die erforderliche große Drehkraft eine gewisse Unruhe in die Messung, wie es die aufgenommene Linie des Versuches Nr. 21 *(Zahlentafel 1)* zeigt. Erst bei einem Verhältnis des Tiegeldurchmessers zu dem der Spindel von etwa 2 : 1 waren die für diese Anordnung besten Bedingungen erreicht.

3. Umdrehungsgeschwindigkeit.

Zu den weiteren Einflüssen auf die Messungen gehört die Umdrehungszahl. Bei den Versuchen 1 bis 13 konnte eine Abhängigkeit hiervon nicht deutlich festgestellt werden, da sich die Geschwindigkeit des Motors dauernd änderte. Erst nachdem der Antrieb auf die zuvor beschriebene Art umgebaut worden war, konnten nähere Untersuchungen vorgenommen werden. Zunächst wurde bei einer Reihe von Versuchen bei jeder Versuchsreihe über 3 cm Tauchtiefe die Umdrehungsgeschwindigkeit langsam gesteigert, und zwar einmal um insgesamt 30 U/min und dreimal um etwa 60 U/min. Besonders bei den letzten Versuchen konnte ein stärkeres Sinken der Werte festgestellt werden. Die Begründung ist durch die Entstehung eines Umdrehungsparaboloids gegeben, denn die dabei auftretende Verringerung der Tauchtiefe wird in der Größe x der Berechnung

$$x = \frac{4\pi a^2 b^2 h}{b^2 - a^2}$$

nicht berücksichtigt. Die Zeichen sind auf Seite 1 erklärt worden. Dieser Ausdruck müßte kleiner werden, während P und ω entsprechend wachsen. Um diese Fehler zu vermeiden, wurde bei weiteren Versuchen mit möglichst gleichbleibender Umdrehungszahl gearbeitet. Hierbei zeigte sich, daß dann gleichbleibende η-Werte erhalten wurden. Zur Vermeidung einer dauernden Tauchtiefenmessung während des Versuches ist also mit gleichbleibender Umdrehungsgeschwindigkeit zu arbeiten, und diese ist möglichst klein zu wählen, damit das Paraboloid nur wenig oder gar nicht ausgeprägt ist.

4. Torsionselement.

Das Drehmoment, das von der inneren Reibung der Flüssigkeit — Oberfläche, Tauchtiefe und Umdrehungsgeschwindigkeit sind dabei natürlich von Einfluß — ausgeübt wird, gibt der Zeigerausschlag an. Durch den hier gewählten Rechnungsgang ist seine Größe im Gegensatz zu der Arbeitsweise der Amerikaner, die immer dieselben Bedingungen wie bei der Eichung (Abmessung und Einstellung des Spindelsystems, Drahtdurchmesser und -einspannlänge) einhalten müssen, in jeder Hinsicht veränderungsmöglich.

Ein großer Ausschlag hat den Nachteil, daß die Spindel durch die Federverdrehung gehoben und damit die Tauchtiefe verändert wird, was bei einer Vernachlässigung dieses Unterschiedes zu Fehlern führt. Daher wurde, nachdem durch die Versuche 1 bis 13 genügend Erfahrungen gesammelt waren, eine Begrenzung insofern auferlegt, als bei der vorhandenen Papierbreite des Farbenschreibers die Zeigerlänge bestimmt wurde, so daß der Ausschlag nur noch höchstens 62° betragen konnte. Hierdurch wird die Tauchtiefe der Spindel nur so wenig geändert, daß dieser Unterschied nicht berücksichtigt zu werden braucht.

Zahlentafel 2.
Erforderliche Feder- und Spindelabmessungen für einen vorgeschriebenen Zeigerausschlag.

Drahtdurchmesser cm	Englergrad	Spindeldurchmesser cm	Umdrehungszahl U/min	Größter Zeigerausschlag Bogengrad
0,03	20—100	2,73	70	60
0,04	100—200	2,73	70	60
0,05	200—300	2,73	70	60
0,04	20—100	4,00	70	60
usw.				
0,04	20—100	2,00 in der Diagonale	70	60
usw.				

Für diese Versuche war weiterhin bestimmend, nur solche Flüssigkeiten zu verwenden, die in ihrer Viskosität ungefähr denen der Schlacken entsprachen. Hierdurch konnten gleichzeitig die erforderlichen Federabmessungen festgelegt werden. In der vorstehenden *Zahlentafel 2* sind diese enthalten. Sie beziehen sich auf eine Eintauchtiefe der Spindel von 6 cm und eine Drahteinspannlänge von 6 cm. Die Vis-

[25]) Hütte, 25. Aufl., Bd. I (Berlin: W. Ernst & Sohn 1925) S. 662.

[26]) Vgl. hierzu die Untersuchungen von H. R. Lillie: Phys. Rev. 36 (1930) S. 347.

kosität ist in Englergraden angegeben, weil sich diese Werte auf Grund der Erfahrungen leichter mit den Schlacken vergleichen lassen.

Bei diesen Messungen ist es vorteilhaft, mit einem größeren Ausschlag (20 bis 50°) zu arbeiten, weil damit der Fehler durch die Reibung der Schreibfeder auf dem Papier vermindert wird und die Abhängigkeit von der inneren Reibung stärker hervortritt.

5. Gleitung.

Hiermit sind die einzelnen für die Versuche maßgebenden Einflüsse festgelegt. Um nun zu sehen, wie weit die eigenen Messungen mit den Werten, die nach der Engler-Methode ermittelt und in der angegebenen Weise umgerechnet wurden, übereinstimmen, wurde der Unterschied in % in *Zahlentafel 1* festgelegt. Die Fehler der Versuche 1 bis 13 sind zum großen Teil durch die Versuchseinrichtung entstanden und bereits besprochen worden. Vom 14. bis 24. Versuch sind sie nur noch sehr gering und liegen in üblichen Fehlergrenzen.

Für diese Untersuchungen wurden also nur Teere und Oele verwandt, die als benetzende Flüssigkeiten anzusprechen sind: einmal auf Grund der Beobachtung und dann durch die Berechnung, weil die gefundenen Werte nur wenig von der wahren inneren Reibung abweichen. Trotzdem wurden die Ergebnisse der Versuche 22 bis 24 zum Teil noch auf einen etwaigen Einfluß der Gleitung rechnerisch untersucht. Die Voraussetzungen hierfür sind gleicher Tiegelstoff, gleiche Tauchtiefe und Umdrehungszahl, während der Spindeldurchmesser verschieden ist. Die Berechnung, die nach der mathematischen Ableitung von Margules durchgeführt wurde, ergab den Wert 0, was bedeutet, daß mit einer Haftung der untersuchten Flüssigkeiten an dem betreffenden Tiegel- und Spindelstoff zu rechnen ist.

Eine Einwirkung der Oberflächenspannung ist auch nicht denkbar, da immer erst dann gemessen wird, wenn die Umdrehungsgeschwindigkeit konstant ist, d. h. die Oberfläche nicht mehr ihre Form ändert.

Aus diesen Gründen sind die Fehler auf die Messung selbst zurückzuführen.

6. Mehrkantspindeln.

Die Voraussetzungen des Torsionsverfahrens sind durch einen zylindrisch umlaufenden Tiegel und eine zentrisch eingestellte runde Spindel weitestgehend erfüllt. Die Strömung ist hierbei stationär. Wird aber die kritische Reynoldssche Zahl überschritten, so gerät die Spindel ins Schleudern. Damit ist dann auch jede Messung praktisch ausgeschlossen.

Nach amerikanischen Schrifttumsangaben wird bei Messungen mit Schlacken wegen der geringen Benetzbarkeit ein nur kleines, kaum meßbares Drehmoment mit Rundspindeln erzielt. Sollten daher die späteren Versuche die Notwendigkeit ergeben, daß Mehrkantspindeln benutzt werden müssen, so ist die Gefahr unbestimmbarer Bewegungen noch bedeutend größer, weil die Kanten sofort eine turbulente Strömung hervorrufen, die mit steigender Geschwindigkeit stark anwächst und sehr bald ein Schleudern verursachen muß. Da Potentialströmungen auftreten und die Flüssigkeitswirbel beschleunigend und hemmend wirken, gibt es hierfür keine genaue mathematische Ableitung und Berechnung; man ist deshalb gezwungen, die betreffende Anordnung mit Mehrkantspindeln besonders zu eichen. Durch besondere Versuche wurden die hier auftretenden Fragen verfolgt, und es wurde ein Weg zur rechnerischen Ermittlung der Viskosität gefunden. Dieses sei für einen Versuch, bei dem die Vierkantspindel die Abmessung $1{,}48 \cdot 1{,}46$ cm² hatte, im einzelnen erläutert.

Um die rechnerische Ermittlung der inneren Reibung nicht aufzugeben, wird der Spindelumfang in einem Kreisumfang umgerechnet:

$$2\,r\,\pi = 2 \cdot (1{,}48 + 1{,}46)$$
$$r = a = 0{,}937.$$

Der Radius a kann in den Ausdruck:

$$x = \frac{4\,\pi \cdot a^2 \cdot b^2 \cdot h}{b^2 - a^2}$$

eingesetzt werden. In diesem Falle ergibt sich für x bei einem Tiegelradius $b = 3{,}29$ cm, wie er für alle Versuche der *Zahlentafel 1* zutrifft:

$$x = 12{,}02 \cdot h \text{ cm}^3.$$

Hiermit wurden die Werte in der bereits angegebenen Weise, wie bei Rundspindeln, berechnet. Das Ergebnis ist eine höhere Viskosität, als es dem Englergrad entspricht. Da bei einer Vierkantspindel die Kanten von einer schnelleren Strömungsgeschwindigkeit umgeben sind als die Fläche des berechneten Zylinders, bleibt kein anderer Weg, als den erhaltenen Wert durch einen Faktor zu berichtigen. Dieser ergibt sich zu 1,165. Es ist dann:

$$[x] = 1{,}165 \cdot x \text{ cm}^3.$$

Die Versuchsergebnisse zeigen (vgl. *Zahlentafel 1*, Versuch 14, 15, 16, 19), daß die Anwendung eines solchen Hilfsmittels angängig ist. Die so berechneten Werte ergeben gute Uebereinstimmung mit den Englerwerten. Dieser Berichtigungsfaktor muß für alle Vierkantspindeln — vorausgesetzt, daß die zu untersuchenden Flüssigkeiten in gleichem Maße wie bei diesem Versuch benetzen, und daß Messing als Tiegel- und Spindelstoff benutzt wird — zutreffen, weil die Verhältnisse immer nur verhältnisgleich verändert werden, wie durch entsprechende Versuche bestätigt wurde. Ueber den Wert desselben unter anderen Bedingungen läßt sich im voraus nichts aussagen.

7. Phenolversuche.

Zum Abschluß der Untersuchungen mit der Vorversuchseinrichtung wurde bei Verwendung einer Rundspindel von 4 cm Dmr. die innere Reibung von Phenol — vorher erwärmt — bei sinkender Temperatur bestimmt. (Von der Firma Kahlbaum garantiert chemisch rein und den Viskositätsangaben im Landolt-Börnstein entsprechend geliefert.)

Der Tiegel erhielt für diese Versuche einen beheizbaren, sich mitdrehenden Wasserbehälter.

Die aufgenommenen Linien verlaufen im allgemeinen eindeutig. Geringe Aenderungen in der Umdrehungsgeschwindigkeit sind sofort zu erkennen. Von etwa 45° abwärts ist ein starkes Ansteigen der Viskosität festzustellen. In der Flüssigkeit sind schon einige Kristalle zu bemerken, der weitere Erstarrungsvorgang spielt sich dann sehr rasch ab. Der aufgezeichnete Zeigerausschlag wächst infolge der Zunahme der Viskosität und durch sich an die Spindel ansetzende Kristalle entsprechend.

Oberhalb der Temperatur von 45° liegen die gefundenen Werte *(Abb. 6)* etwas höher als die im Landolt-Börnstein angegebenen. Eine Begründung hierfür konnte, zumal da die Temperatur im jeweiligen Meßbereich gleich war, nicht gefunden werden.

Störungen in der Flüssigkeitsströmung können nach den früheren Erfahrungen nicht vorliegen. Drew, der in seinen Untersuchungen, die sich auf Flüssigkeiten mit geringer innerer Reibung beziehen, diese Wirkung besonders beobachtet hat, erhält ebenfalls höhere Werte als die nach dem Durchflußverfahren bestimmten. Brodmann findet bei der Bestimmung der inneren Reibung von Wasser ebenfalls

höhere Zahlen, als sie nach dem Verfahren von Poiseuille gefunden wurden. Seine eingehenden mathematischen Ueberlegungen führen zu keiner befriedigenden Lösung. Der Fehler bei den vorliegenden Messungen kann auf der Wirkung des Bodens, Abkühlung der Flüssigkeitsoberfläche, und zum

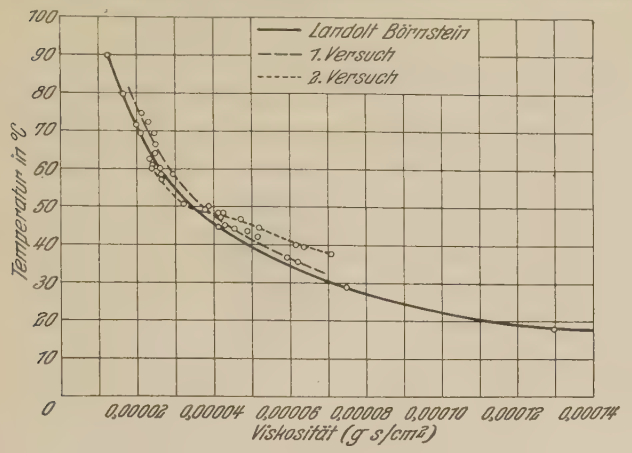

Abbildung 6. Versuch mit Phenol.

Teil auf der mit dem Tiegel mitrotierenden Luftsäule beruhen. Für die späteren Versuche sind diese Meßergebnisse, besonders dadurch, daß sie sich auf sehr geringe Viskositäten beziehen, nicht weiter verfolgt worden.

Hiermit sind alle von der Vorversuchseinrichtung zu erwartenden Aufklärungen gegeben.

IV. Eichung der Versuchseinrichtung.

Für die Eichung der Großeinrichtung, die in der Gesamtanordnung in *Abb. 7* dargestellt ist, wurde zunächst folgender Plan aufgestellt.

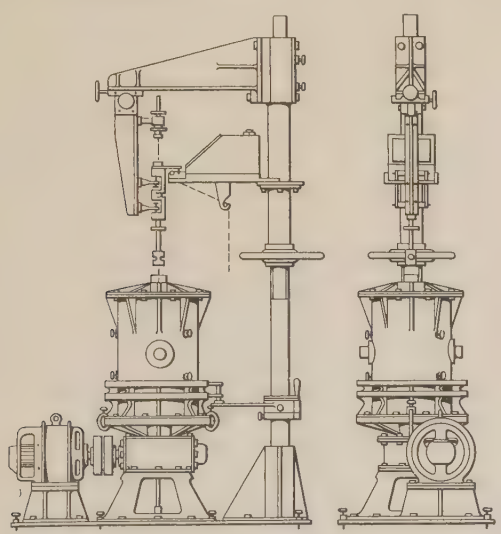

Abbildung 7.
Gesamtanordnung des Viskosimeters.

Einmal sollte die Eichung mit Metallen bei höheren Temperaturen stattfinden, dann mit Rizinusöl, um die späteren Messungen mit denen der Amerikaner vergleichen zu können. Als Metalle kamen Blei und Kupfer in Frage, deren η-Werte durch die Messungen von Sauerwald zum Teil ermittelt worden sind. Die Stoffe wurden von der Firma Kahlbaum garantiert chemisch rein geliefert.

A. Eichung mit nichtbenetzenden Flüssigkeiten.

1. Blei.

Da die Bestimmung der Zähigkeit mit dieser Einrichtung eine Messung im Vakuum nicht erlaubt, kann der Luftzutritt, der leicht die Oxydation der Oberfläche bewirkt, nur etwas vermindert werden. Dieses wurde durch Anbringen eines Blechmantels von 500 mm Länge und 200 mm Dmr. erreicht, der am senkrechten Arm befestigt war und dessen unteres Ende in eine Wassertasse reichte, die sich mit dem Ofen drehte, während das obere Ende die Spindel bis auf 2 mm einschloß. Die Bildung einer Oxydhaut konnte jedoch auch hierdurch nicht ganz beseitigt werden. Deshalb war nur noch die Anwendung von Reduktionsmitteln möglich, und zwar ergab sich, daß für Kupfer und Blei die Verwendung von Wasserstoff und bei niedrigen Temperaturen für Blei außerdem noch Ammoniumchlorid am besten ist. Versuche mit Blei ergaben trotz oxydfreier Oberfläche unregelmäßige Werte, ein Beweis dafür, daß eine vollkommene Benetzung der Spindel nicht vorhanden ist. Um nun doch verwendbare Messungen zu erhalten, wurde eine Vierkantspindel benutzt. Die Berechnung der Meßwerte wurde in der früher angegebenen Weise durchgeführt. Die Empfindlichkeit der Messung geht aus *Abb. 8* hervor. Die Werte Nr. 1 und 2 stimmen wegen des Anfahrens nicht, weil die Geschwindigkeit des flüssigen Metalles sich noch nicht ausgeglichen hat. Bei Nr. 3 und 4 ist dieser Zustand erreicht. Infolge eines Schadens in der Leitung des Thermoelementes zum Tiegel mußte die Temperatur von oben gemessen werden. Um nun die wahre Temperatur des flüssigen Metalles zu erhalten, wurde das Element von Zeit zu Zeit in das Bad eingetaucht. Durch diesen Nachteil wurde die Ablesung bedeutend erschwert, die Werte Nr. 5 und 7 fallen deshalb aus. Bei Nr. 8 und 9 ist die Gewähr für eine gute Ablesung gegeben. Die Werte von Nr. 10 bis 12 können wegen des Auftretens von Oxyden nicht benutzt werden. Die Wirkung des Wasserstoffes ist bei der niedrigen Temperatur gering, auch die des Ammoniumchlorids erfordert längere Zeit. Bei Nr. 13 ist eine blanke Metalloberfläche vorhanden und eine gute Ablesung möglich. Die Werte Nr. 14 und 15 liegen höher, als es der Verlauf der Kurve von Sauerwald erwarten läßt; im allgemeinen zeigen die Messungen mit reinen Metallen in der Nähe des Schmelzpunktes ein sehr starkes Ansteigen der Viskosität. Ein Einfluß durch die Umdrehungszahl bei Punkt 3, 4 und 13 macht sich nicht bemerkbar, da die Messungen immer erst dann vorgenommen wurden, wenn die Voraussetzungen hierfür vorhanden waren. Eine Störung durch die Entstehung eines Umdrehungsparaboloids konnte nicht festgestellt werden. Auffallend ist die Größe des Berichtigungsfaktors, der natürlich Messungen mit Metallen oder Schlacken nach dieser Methode unmöglich macht.

2. Kupfer.

Bei den Versuchen mit Kupfer war das Freihalten der großen Oberfläche von Sauerstoff noch schwieriger. Es gelang nur durch unmittelbares Einblasen von Wasserstoff in das Bad, und auch nur zum Teil, denn am Rande war immer eine Oxydhaut festzustellen, während die Spindel frei war. Dieses erforderte eine sehr vorsichtige Messung, zumal da die Viskosität des Kupfers ebenfalls gering ist und das Spindelsystem sehr empfindlich eingestellt werden muß, ferner jede Erschütterung — auch die des Bades durch das Einblasen des Wasserstoffes — falsche Werte ergeben kann. Ein weiterer Nachteil der Oxyde war, daß der Tiegelstoff sehr stark angegriffen wurde, so daß nach jedem zweiten Versuch ein neuer Tiegel eingesetzt werden mußte. Die Spindeln, ebenfalls aus Graphit bestehend, wurden nicht so stark angegriffen wegen ihrer besseren Qualität und ihrer sorgfältigeren Herstellung.

Trotzdem gelang es, einige verwendbare Bestimmungen durchzuführen. Die Linie in *Abb. 8* zeigt den allgemeinen Verlauf der Viskositätszunahme bei fallender Temperatur.

Das schwache Ansteigen des Zeigerausschlages ist durch die geringe innere Reibung begründet. Der Verlauf der Linie zeigt deutlich die Unterschiede der Messung und damit die Empfindlichkeit des Verfahrens. Die dort angegebenen Werte für die laufenden Nummern 1 bis 3 sind einwandfrei, Metalle mit höherer Zähigkeit nicht bekannt oder gemessen sind, schien es möglich, diese Fragen durch Untersuchungen mit Quecksilber zu klären.

Die ersten Messungen zeigten, daß Quecksilber Graphit sehr wenig benetzt, so daß die weiteren Untersuchungen nur

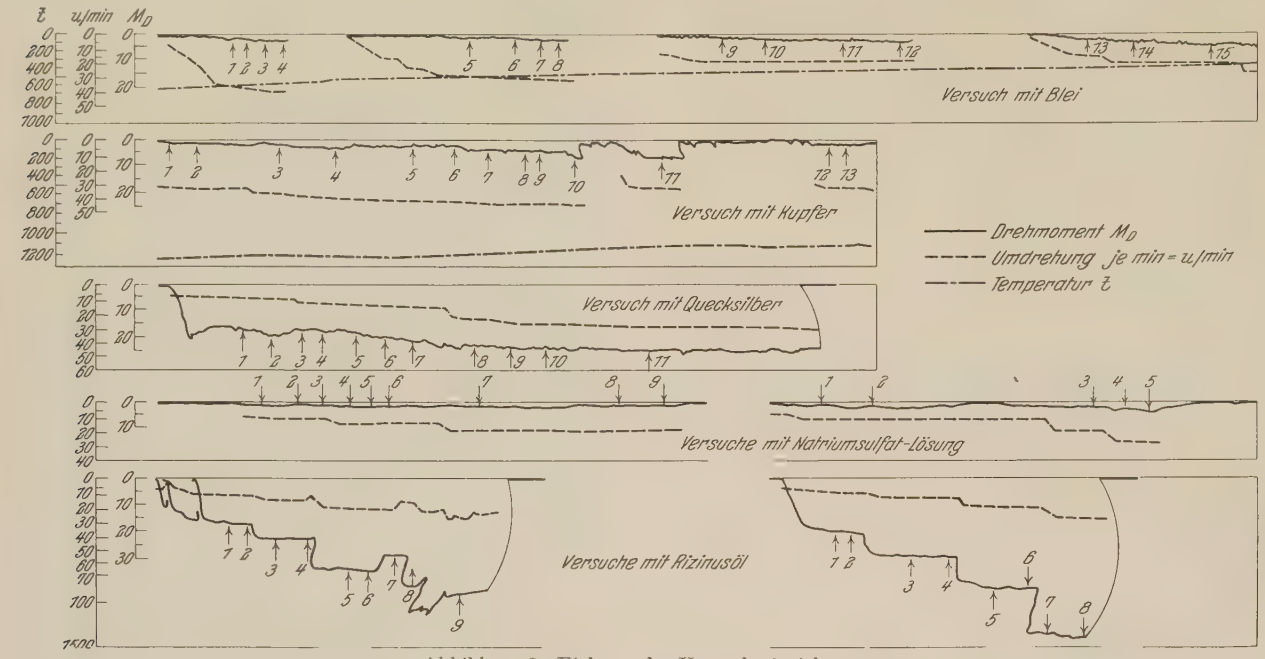

Abbildung 8. Eichung der Versuchseinrichtung.

da die Spindel vollkommen frei von Oxyden war. Obwohl sich bei Nr. 5 nur an einer Stelle der Spindel etwas Kupferoxyd festgesetzt hatte, liegt der Wert doch noch zu hoch, weil die Spindeloberfläche dadurch größer wird und dieses in der Berechnung nicht berücksichtigt werden kann. Die Punkte 7 bis 11 sind deshalb nicht auswertbar. Nach Nr. 11 wurde der Motor ausgeschaltet und die Oberfläche durch starkes Einblasen von Wasserstoff gereinigt; bei Nr. 12 und 13 ist sie ganz frei, die Messungen erscheinen richtig.

Die erhaltenen Werte wurden ebenfalls mit den Bestimmungen von Sauerwald verglichen. Es zeigt sich ein Unterschied, der durch den Berichtigungsfaktor zum Ausdruck kommt. Der Berichtigungsfaktor ist hier nach den Werten von Sauerwald ermittelt, da sie für genügend sicher angesehen werden dürfen. Auch bei den Versuchen mit Kupfer liegt er noch so hoch, daß Messungen mit Stoffen unbekannter innerer Reibung nicht sicher durchgeführt werden können. Diese Untersuchungen hatten gezeigt, daß die Graphitspindeln, solange sie nicht mit Oxyden in Berührung sind, weder angegriffen noch wesentlich benetzt werden.

3. Quecksilber.

Da nun die eigenen Vorversuche bei der Bestimmung der Tiegelstoffe ergeben hatten, daß die Schlacken zum größten Teil den Graphit nicht benetzten, und anderseits die Amerikaner durch ihre Untersuchungen dieses auch bestätigen, war die Frage des Berichtigungsfaktors bei nichtbenetzenden Flüssigkeiten und bei Verwendung von Vierkantspindeln noch zu klären. Um weiterhin nicht durch die beim Kupfer und Blei aufgetretenen Schwierigkeiten gestört zu werden, wurde Quecksilber als nächstes Eichmittel gewählt. Dieses gestattet ein Arbeiten bei Raumtemperatur, ohne Wasserstoff und mit einer offenen Versuchseinrichtung. Da es ferner bei den Vorversuchen möglich gewesen war, Stoffe mit geringer innerer Reibung einwandfrei bestimmen zu können, außerdem die Viskosität des Quecksilbers der des Kupfers und Bleies ungefähr entspricht, und schließlich auf Mehrkantspindeln beschränkt zu werden brauchten. Die Spindel wurde dabei zusätzlich belastet, jedoch nie über die Proportionalitätsgrenze der betreffenden Feder hinaus. Im weiteren Verlauf dieser Arbeiten traten zwei Schwierigkeiten hervor, die zwar bei den Versuchen mit Blei und Kupfer schon vorhanden waren, jedoch noch keinen so erheblichen Einfluß ausgeübt hatten. Einmal war der Zeigerausschlag beim Anfahren sehr groß und wuchs mit der Umdrehungszahl nicht proportional weiter; auch kehrte der Zeiger selbst nach Stunden nicht in die Nullstellung zurück. Anderseits stieg der Berichtigungsfaktor bedeutend an.

Um dieses zu klären, wurden nacheinander sämtliche Einflußgrößen der Messung geändert. Von den Torsionselementen wurden Abmessungen von 0,05 bis 0,02 cm Drahtdurchmesser benutzt. Durch Anbringen eines Spiegels, Verwendung eines Lichtstrahles und einer Skala konnte die größte Empfindlichkeit erzielt werden. Da auch hierdurch keine Begründung für die großen Ausschläge erkannt werden konnte, wurde vermutet, daß die Ursache in dem hohen spezifischen Gewicht des Quecksilbers liegt. Eine Veränderung des Gewichtes der Spindel (bis 6 kg Belastung) zur Verringerung dieses Ausschlages übte keinen Einfluß aus. Andere Spindelabmessungen, Tauchtiefen und Umdrehungsgeschwindigkeiten führten ebenfalls zu keinem Ergebnis. Es ergibt sich somit, daß das hohe spezifische Gewicht des Quecksilbers auf die Bestimmung der inneren Reibung nach dieser Methode einen Einfluß ausüben muß.

Die Berechnung der Werte führt zu noch höheren Berichtigungsfaktoren, als sie beim Kupfer gefunden wurden, und das ist auch erklärlich, da die Turbulenz der Strömung in ihrer Wirkung sehr stark vom spezifischen Gewicht abhängig ist.

Mit steigender Umdrehungszahl fällt der Berichtigungsfaktor, da der Winkel nicht verhältnisgleich zunimmt. Bei ungefähr 30 U/min erreicht er den Wert von rd. 85 und wird mit kleinerer Winkelgeschwindigkeit bedeutend größer. Die

Zahlen liegen also noch ungünstiger als bei den Versuchen mit anderen Metallen, und jede weitere Messung ist somit ausgeschlossen.

4. Natriumsulfat.

Vergleicht man die Berichtigungsfaktoren der drei Metalle, so ist eine Zunahme ihrer Größe mit steigendem spezifischem Gewicht festzustellen; es bleibt nun zu prüfen, wie sich Flüssigkeiten mit geringerem spezifischem Gewicht verhalten.

Es wurde bereits erwähnt, daß die Werte von Stoffen, die das gleiche spezifische Gewicht wie die Schlacken haben, nicht bekannt sind. Daher blieb nur übrig, solche Stoffe auf ihre Benetzungsfähigkeit für Graphit zu untersuchen, die dem Gebiete der Schlacken möglichst nahe liegen. Hierfür wurde das Verhalten von Tetrachlorkohlenstoff, Schwefelkohlenstoff, chlorierten Aethylenen der niederen Reihe, Benzol und Kaliumchlorid untersucht. Alle zeigten jedoch eine starke Benetzung des Graphits; da keine weiteren Flüssigkeiten bekannt sind, die diese Eigenschaft nicht besitzen, war es nur noch möglich, eine weitgehende Nichtbenetzung durch eine künstliche Zwischenschicht zu erreichen.

Während Versuche mit Lanolin, Paraffin und Stearin ergebnislos verliefen, wurde ein genügender Erfolg mit einem dünnen Aufstrich von Vaseline auf Graphit erzielt. Rizinusöl und die oben genannten zum Teil hochviskosen Flüssigkeiten ergaben trotzdem noch ein starkes Haften. Eine 15,37prozentige Natriumsulfatlösung, deren Zähigkeit bekannt ist und in ihrer Größenordnung derjenigen der Metalle entspricht, konnte verwendet werden. Die entsprechenden Versuche wurden mit verschiedener Tauchtiefe und Umdrehungszahl durchgeführt; die erhaltenen Werte sind aus *Abb. 8* ersichtlich. Sie ergeben für den Bereich von 10 bis 30 U/min einen durchschnittlichen Berichtigungsfaktor von f = 1,971.

5. Folgerung aus den Versuchen.

Bei Betrachtung der vier benutzten Eichmittel ergeben sich — obwohl die innere Reibung voneinander nicht sehr verschieden ist — dennoch wesentliche Unterschiede. Schon äußerlich sind die Zeigerausschläge, als Ausdruck der Viskosität betrachtet, trotz ungefähr gleicher Versuchsbedingungen bei den Stoffen, die ein höheres spezifisches Gewicht besitzen, größer. In der gleichen Reihenfolge wächst die Zeit, die erforderlich ist, bis der Zeiger wieder in die Ausgangsstellung zurückkehrt. Rechnerisch ist dieser Unterschied sehr deutlich aus dem Berichtigungsfaktor, der ja das Verhältnis der durch den Versuch bestimmten inneren Reibung zu der bekannten darstellt, zu erkennen. Obwohl in dieser Zahl noch mehrere unbekannte Größen enthalten sind, wie: der Einfluß des spezifischen Gewichtes auf die turbulente Strömung, die Wirkung der Vierkantspindel in der Flüssigkeitsbewegung, Fehler in der Einrichtung, im Torsionsdraht und seiner Einspannung, die Luftreibung der Spindel und andere, so läßt sich dennoch auf Grund der Versuche ein maßgebender Einfluß des spezifischen Gewichtes feststellen. Eine turbulente Strömung, und noch dazu in Abhängigkeit von ihrem spezifischen Gewicht, mathematisch zu erfassen, ist nicht möglich. Es gibt in diesem Falle nur die empirische Näherungsmethode, wie sie hier durchgeführt worden ist.

In *Abb. 9* ist der Berichtigungsfaktor in Beziehung zum spezifischen Gewicht gesetzt worden. Die oben beschriebenen Feststellungen werden dadurch anschaulich dargestellt. Einmal zeigte es sich, daß der Berichtigungsfaktor mit steigendem spezifischem Gewicht größer wird, und dann, daß dieser je nach der Umdrehungszahl verschieden ist. Bei niedrigem spezifischem Gewicht übt die bei diesen Messungen verwandte Zahl der Umläufe je min einen abnehmenden Einfluß auf den Berichtigungsfaktor aus. Weiterhin ergibt sich aus der Divergenz der Linien und der damit zunehmenden Größe des Berichtigungsfaktors, daß Messungen von Flüssigkeiten mit höherem spezifischem Gewicht unsicher werden. Unterhalb der Werte für Kupfer fallen die Linien sehr steil ab

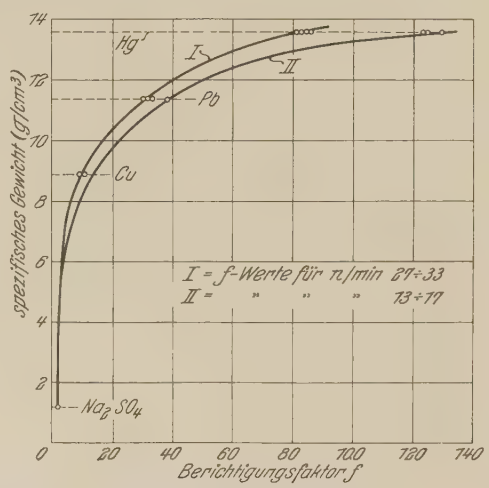

Abbildung 9. Abhängigkeit des Berichtigungsfaktors vom spezifischen Gewicht.

und nähern einander immer mehr. In diesem Gebiet muß der Kurvenverlauf noch unter Verwendung größerer Maßstäbe genauer festgelegt werden, da jetzt immer noch Fehler von größerem Ausmaß möglich sind. Diese Schwierigkeit ließe sich beseitigen, wenn die innere Reibung von Schlacken mit anderen Methoden bestimmt werden könnte.

Daß dieser Faktor auch für Flüssigkeiten mit größerer innerer Reibung benutzt werden kann, wurde durch Versuche mit der Vorversuchseinrichtung bewiesen.

B. Eichung mit einer benetzenden Flüssigkeit.

Die eingangs beschriebenen Vorversuche, die sich auf messingbenetzende Flüssigkeiten bezogen, hatten den Berichtigungsfaktor von f = 1,165 gegenüber dem oben genannten Wert von 1,975 für Graphit nichtbenetzende flüssige Stoffe ergeben. Da eine Uebertragung des erstgenannten Wertes auf die Hauptversuchseinrichtung wegen der verschiedenen Stoffe zu Fehlern führen muß, war noch eine entsprechende Eichung für Graphit durchzuführen. Für diese Untersuchungen wurde Rizinusöl gewählt, das bei den oben genannten amerikanischen Arbeiten als einziges Mittel zur Eichung benutzt wurde, trotzdem dort selbst angegeben ist, daß Schlacken sehr häufig nicht benetzen. Die Versuche mit Rizinusöl, das eine starke Benetzungsfähigkeit für Graphit zeigte, ließen sich ohne jede Schwierigkeit durchführen *(vgl. Abb. 8)*. Sie ergaben ebenfalls wie die mit Natriumsulfat kaum einen Unterschied für den Berichtigungsfaktor bei Veränderung der Umdrehungszahl und der Tauchtiefe. Der Faktor ist jedoch bedeutend kleiner als bei einer nichtbenetzenden Flüssigkeit. Dieses läßt sich dadurch erklären, daß bei einer stark haftenden Flüssigkeit die Wirkung der Kanten, die sich in einer schnelleren Flüssigkeitsströmung befinden, durch ein Klebenbleiben der Flüssigkeit an den Flächen und durch die turbulente Strömung vermindert wird, während bei einer nichtbenetzenden Flüssigkeit die Kanten durch das Vorbeigleiten der Strömungswirbel einen stärkeren Einfluß ausüben können. Aus diesem Grunde würde es zu Fehlern führen, wollte man den Berichtigungsfaktor für eine benetzende Flüssigkeit bei Versuchen anwenden, bei denen eine bedeutende Nichtbenetzung vorliegt.

Zahlentafel 3. Viskositätsbestimmungen von Siemens-Martin-Schlacken.

Schlakken Nr.	Lfd. Nr.	Umdrehungszahl U/min	Drehmoment Grad	Drehmoment (w)	P cmg	w 1/s	[x] cm^3	η $g \cdot s/cm^2$	η $g/s \cdot cm$	Temperatur °C	Bemerkungen
1	1	14	3	0,05236	4,12	1,4661	263	0,010685	10,49	1435	Das Steigen ist nicht zu begründen. Versuch wegen Strommangels abgebrochen. Kennzahlen: P = 78,7 cmg; l = 6,3 cm; Tauchtiefe = 3,6 cm; d = 0,05 cm; Spindelquerschnitt = 2,4 · 2,4 cm^2; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm; x = 133,1 cm^3.
	2	14,8	3,8	0,0664	5,215	1,55	263	0,0128	12,55	1442	
	3	16	3	0,05236	4,12	1,6755	263	0,00934	9,16	1455	
2	1	11	7,2	0,1257	4,44	1,1519	359	0,01071	10,51	1495	Kennzahlen: d = 0,05 cm; l = 14 cm; P = 35,4 cmg; Tauchtiefe = 4,6 cm; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm; Spindelquerschnitt = 2,47 · 2,45 cm^2; x = 181,8 cm^3.
	2	11	11,2	0,1954	6,91	1,1519	359	0,01671	16,40	1500	
	3	20	13,2	0,2304	8,14	2,0944	359	0,01082	10,61	1495	
	4	24	5,2	0,09076	3,45	2,5133	359	0,00383	3,755	1460	
	5	28	8,2	0,14312	5,06	2,9322	359	0,004810	4,72	1450	
	6	15	15,2	0,2653	9,38	1,5708	359	0,0166	16,29	1400	
	7	14,8	29,2	0,50964	18,05	1,550	359	0,0324	31,73	1385	
	8	12,5	48,2	0,84125	29,8	1,309	359	0,06345	62,2	1370	
	9	11	23,2	0,40492	14,31	1,1519	359	0,0346	33,91	1380	

Zahlentafel 4. Viskositätsbestimmungen von Siemens-Martin-Schlacken.

Schlakken Nr.	Lfd. Nr.	Umdrehungszahl U/min	Drehmoment Grad	Drehmoment (w)	P cmg	w 1/s	x cm^3	η $g \cdot s/cm^2$	η $g/s \cdot cm$	Temperatur °C	Bemerkungen
3	1	8,5	5,5	0,09599	7,21	0,89	345,8	0,02346	23,01	1445	Zur Berechnung notwendige Kennzahlen: Drahtdurchmesser d = 0,05 cm; Einspannlänge l = 6,6 cm; Drehmomentkraft P = 75,5 cmg; Tauchtiefe = 4,4 cm; x = 175,2 cm^3; Spindelquerschnitt = 2,3 · 2,45 cm^2; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm.
	2	14	2,5	0,04363	3,275	1,4661	345,8	0,00647	6,34	1465	
	3	16	4,0	0,06981	5,25	1,6755	345,8	0,00908	8,90	1510	
	4	16	3,0	0,05236	3,94	1,6755	345,8	0,00680	6,68	1590	
4	1	23	17,30	0,302	22,7	2,4086	600	0,015705	15,4	1580	d = 0,05 cm; l = 6,6 cm; P = 75,5 cmg; Tauchtiefe = 5,5 cm; Spindelquerschnitt = 2,8 · 2,78 cm^2; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm; x = 304,2 cm^3.
	2	22	18	0,31416	23,6	2,3038	600	0,01705	16,71	1585	
	3	18	25,5	0,44506	35,50	1,8850	600	0,02960	29,05	1560	
	4	19	7	0,12217	9,17	1,9897	600	0,00768	7,53	1500	
5	1	8	2	0,03491	2,623	0,8378	376,1	0,00832	8,16	1630	Die Temperatur wurde optisch gemessen. d = 0,05 cm; l = 6,6 cm; P = 75,25 cmg; Tauchtiefe = 5,1 cm; Spindelquerschnitt = 2,34 · 2,5 cm^2; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm; x = 190,8 cm^3.
	2	7,5	3,5	0,06109	4,59	0,785	376,1	0,01551	15,23	1610	
	3	6,0	17	0,29871	22,30	0,6283	376,1	0,0944	92,60	—	
	4	5	38	0,66323	49,75	0,5236	376,1	0,253	248,0	1550	
	5	5	10,8	0,18853	14,15	0,5236	376,1	0,0718	70,6	—	
	6	5	8,5	0,14835	11,14	0,5236	376,1	0,05665	55,6	1590	
	7	6,5	3,0	0,05236	3,935	0,6807	376,1	0,01535	15,06	1615	
6	1	15,0	20,3	0,35407	20,85	1,5708	285,9	0,0464	45,5	1355	d = 0,05 cm; l = 8,4 cm; P = 59 cmg; Tauchtiefe = 4,1 cm; Spindelquerschnitt = 2,35 · 2,36 cm^2; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm; x = 144,9 cm^3.
	2	16,5	15,6	0,273	16,1	1,728	285,9	0,03264	32,0	1360	
	3	18,0	10,2	0,17802	10,5	1,8850	285,9	0,0195	19,12	1380	
	4	20,7	7,8	0,1362	8,04	2,1677	285,9	0,01296	12,71	1400	
	5	20,5	5,0	0,08727	5,14	2,1468	285,9	0,00837	8,21	1445	
	6	20,5	4,5	0,07854	4,63	2,1468	285,9	0,007545	7,4	1462	
7	1	6,5	3,2	0,0559	2,235	0,0807	285,0	0,0115	11,29	1450	d = 0,05 cm; l = 12,4 cm; P = 59 cmg; Tauchtiefe = 3,7 cm; Spindelquerschnitt = 2,44 · 2,46 cm^2; Tiegel-Dmr. = 6,7 cm; x = 144,7 cm^3.
	2	7,5	3,7	0,0646	2,583	0,7854	285,0	0,01151	11,30	1453	
	3	10,5	5,4	0,0943	3,765	1,0996	285,0	0,01203	11,81	1455	
	4	12	8,6	0,1506	6,01	1,2566	285,0	0,01679	16,48	1440	
	5	12	9,6	0,16808	6,74	1,2566	285,0	0,0188	18,46	1438	

Zahlentafel 5. Zusammensetzung der untersuchten Schlacken.

Schlakken Nr.	FeO %	MnO %	P_2O_5 %	Al_2O_3 %	CaO %	MgO %	SiO_2 %	S %	Spezifisches Gewicht g/cm^3	Basizität $\frac{CaO}{SiO_2}$	Bemerkungen (Aussehen im kalten Zustande)
1	14,38	17,31	6,46	2,78	26,46	11,45	18,45	0,02	3,485	2,49	Tief schwarz, glänzend.
2	8,61	17,31	3,85	6,02	26,37	13,17	25,43	0,08	3,376	1,851	Tief schwarz, glänzend.
3	15,1	6,09	2,50	3,05	44,68	7,38	19,10	0,25	3,575	2,415	Matt glänzend, blasig.
4	10,24	5,71	1,855	2,84	41,85	12,38	24,34	0,10	3,633	2,58	Matt glänzend, vor dem ersten Manganzusatz.
5	1,87	2,05	0,289	6,62	51,64	9,64	26,25	0,32	3,164	1,968	Zerrieselt in kaltem Zustande zu einem grauweißen Pulver.
6	20,00	7,28	2,06	1,94	46,70	9,27	10,83	0,24	3,715	5,61	Schwarz glänzend.
7	15,70	7,60	6,46	1,59	46,64	9,12	10,95	0,40	3,65	4,16	Matt schwarz.

Der Unterschied zwischen dem Berichtigungsfaktor für die Vorversuchseinrichtung (f = 1,165) gegenüber dem bei der Hauptversuchsanordnung (f = 1,091) ist auf den verschiedenen Tiegel- und Spindelstoff zurückzuführen.

V. Messungen in einem Stahlwerksbetriebe.

A. Vorversuche.

Vor den Versuchen im Betriebe wurden noch zwei Schlacken gemessen, um die notwendigen Erfahrungen für

das Arbeiten bei den hohen Temperaturen zu sammeln und den ungefähren Zeigerausschlag kennen zu lernen.

An Schlacken wurden zunächst solche mit höherem Gehalt an Phosphorsäure benutzt, da diese besonders leichtflüssig sind. Nach dem Vorschmelzen in einem Kohlegrießofen wurden sie in den vorgeheizten Tiegel der Versuchseinrichtung eingegossen, und dann wurden bei verschiedenen Temperaturen Messungen vorgenommen. Die Ergebnisse, bei deren Berechnung der Berichtigungsfaktor f = 1,971 verwendet wurde, sind in *Zahlentafel 3* enthalten. Unterhalb 1425° steigt die Zähigkeit, wie es im allgemeinen den Temperatur-Viskositäts-Linien entspricht, sehr steil an. Oberhalb dieser Temperatur ist bei der einen Schlacke ein niedrigster und ein höchster Wert festzustellen. Diesem letzten muß nach den bisher gemachten Erfahrungen ein Sinken der inneren Reibung bei höheren Temperaturen folgen. Eine Erklärung für diese beiden ausgezeichneten Punkte kann nicht angegeben werden.

B. Messungen im Betriebe.

1. Durchführung der Versuche.

Nach diesen Messungen wurde die Versuchseinrichtung in der Nähe der seitlichen Tür eines Siemens-Martin-Ofens aufgestellt. Die Proben wurden unmittelbar aus der Schöpfkelle in den Tiegel gegeben; dabei wurde auf Grund der Erfahrungen die Ofentemperatur niedriger als die der Schlacke gehalten. Nur bei einem Versuche wurde wegen eines Schadens am Thermoelement die Temperatur optisch gemessen. Durch geeignete Spiegelanbringung war die Schlackenoberfläche leicht anzuvisieren. Auf Grund der Vorversuche konnte der erforderliche Federbereich ohne Schwierigkeiten eingestellt werden; die Messungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt.

2. Besprechung der Ergebnisse.

Da es für die hier gestellte Aufgabe nur darauf ankam zu beweisen, daß es möglich ist, im Betriebe Bestimmungen der inneren Reibung von Siemens-Martin-Schlacken vorzunehmen, wurde weder auf einen bestimmten Einsatz noch auf das Verfolgen des Schmelzungsverlaufes hinsichtlich der Viskosität oder der chemischen Vorgänge, noch auf eine Erfassung der Umsetzungen und Besonderheiten während einer Messung Wert gelegt. Aus diesen Gründen wurde auch nur an verschiedenen Tagen von den jeweils fallenden Schmelzungen Endschlacken gezogen und bestimmt. Obwohl die aufgenommenen Kurven wegen der Ungleichmäßigkeit der Proben zum Teil nicht so ruhig wie die früheren verlaufen, ist eine Auswertung dennoch sehr gut möglich. Die Werte sind in der *Zahlentafel 4* zusammengestellt und in der *Abb. 10* in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Die Schaulinien geben das allgemeine Bild solcher Messungen wieder, nämlich einerseits ein steiles Ansteigen der Zähigkeit unterhalb einer gewissen Temperatur und anderseits eine geringe Veränderung bei höherer Temperatur.

Die Schlacke Nr. 5, die auf Grund der Analyse *(vgl. Zahlentafel 5)* sehr viel Kalk und Kieselsäure enthält, ist wegen ihrer großen inneren Reibung nach der Richtung höherer Temperatur verschoben. Es war kurze Zeit vorher

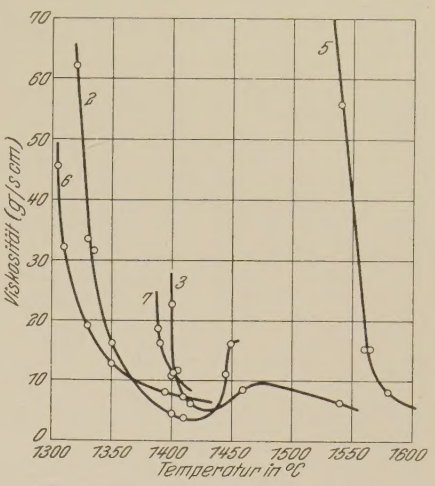

Abbildung 10. Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur bei Siemens-Martin-Schlacken.

dem Bade Kalk zugesetzt und die Probe gerade an einer kalkreichen Stelle gezogen worden. Diese Messung zeigt besonders deutlich, wie sehr die Viskosität von der Zusammensetzung der Schlacke abhängig ist.

Zusammenfassung.

Nach einer Besprechung der für die Bestimmung der Viskosität in Frage kommenden Meßverfahren wird das Torsionsverfahren nach Margules für Messungen an Siemens-Martin-Schlacken gewählt. Auf Grund der mit einer Vorversuchseinrichtung gemachten Erfahrungen und der hiermit durchgeführten Bestimmungen wird eine Anordnung für die Ermittlung der Viskosität im Betriebe entworfen und gebaut. Diese wird mit einer benetzenden und mehreren nichtbenetzenden Flüssigkeiten bekannter Zähigkeit geeicht. Dabei wird ein Weg zur Berechnung der Werte gezeigt. Wenn auch die Eichung für die Angabe von absoluten oder relativen Werten für die innere Reibung noch nicht ausreicht, weil hier die Vergleichsmöglichkeit noch fehlt, so ist doch der Weg gewiesen.

* * *

Die Durchführung der Arbeit wurde durch die wertvolle Unterstützung des Vorstandes der Vereinigten Oberschlesischen Hüttenwerke und besonders durch die Herren der Julienhütte ermöglicht, denen ich an dieser Stelle meinen ganz besonderen Dank zum Ausdruck bringe.

Herrn Professor E. Diepschlag spreche ich hiermit für die Anregung zu dieser Arbeit sowie für die Ratschläge bei ihrer Anfertigung meinen ergebensten Dank aus.

Lebenslauf.

Ich, Friedrich Karl Buchholz, wurde am 28. Juli 1903 in Werl in Westfalen als Sohn des Regierungs- und Schulrates Franz Buchholz geboren. Nach dem Besuch der Vorschule absolvierte ich das Gymnasium Carolinum zu Osnabrück. Von 1925 bis 1930 studierte ich an der Technischen Hochschule zu Breslau Eisenhüttenkunde. Vor und während des Studiums praktizierte ich auf verschiedenen Hüttenwerken Deutschlands. April 1930 bestand ich die Diplomhauptprüfung. Seit 1. Mai 1930 bin ich bei der „Vereinigte Oberschlesische Hüttenwerke A.-G." als Ingenieurpraktikant beschäftigt.